

DOCKET NO.: 192286US0PCT

**OBLON**  
**SPIVAK**  
**McCLELLAND**  
**MAIER**  
**&**  
**NEUSTADT**  
**P.C.**

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS  
WASHINGTON, D.C. 20231

Re: Serial No.: 09/581,560  
Applicants: Bernd BRUCHMANN et al  
Filing Date: July 17, 2000  
For: DIISOCYANATES WITH ALLOPHANATE GROUPS  
DERIVED FROM ALICYCLIC ALCOHOLS  
Group Art Unit: 1711 Examiner: R. Sargent

SIR:

Attached hereto for filing are the following papers:

**LETTER TO EXAMINER WITH ATTACHED EN ISO 3219 STANDARD**

Our check in the amount of \$-0- is attached covering any required fees. In the event any variance exists between the amount enclosed and the Patent Office charges for filing the above-noted documents, including any fees required under 37 C.F.R. §1.136 for any necessary Extension of Time to make the filing of the attached documents timely, please charge or credit the difference to our Deposit Account No. 15-0030. Further, if these papers are not considered timely filed, then a petition is hereby made under 37 C.F.R. §1.136 for the necessary extension of time. A duplicate copy of this sheet is enclosed.

Respectfully submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No.: 24,618



22850

Frederick D. Vastine, Ph.D.  
Registration No.: 27,013

**EUROPÄISCHE NORM  
EUROPEAN STANDARD  
NORME EUROPÉENNE**

**EN ISO 3219**

August 1994

DK 678.6/7 : 532.13

Deskriptoren: Kunststoff, Polymer, Harz, Prüfung, Bestimmung, Viskosität

**Deutsche Fassung**

**Kunststoffe**  
**Polymere/Harze in flüssigem, emulgiertem  
oder dispergiertem Zustand**  
**Bestimmung der Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter bei  
definierter Geschwindigkeitsgefälle**  
**(ISO 3219 : 1993)**

**Plastics — Polymers/resins in the liquid  
state or as emulsions or dispersions —  
Determination of viscosity using a rotatio-  
nal viscometer with defined shear rate**  
**(ISO 3219 : 1993)**

**Plastiques — Polymères/réines à l'état  
liquide, en émulsion ou en dispersion —  
Détermination de la viscosité au moyen  
d'un viscomètre rotatif à gradient de vitesse  
de cisaillement défini (ISO 3219 : 1993)**

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 1994-08-22 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim CEN-Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen. CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und dem Vereinigten Königreich.

**CEN**

**EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG**  
**European Committee for Standardization**  
**Comité Européen de Normalisation**

**Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel**

Seite 2  
EN ISO 3219:1994

## Vorwort

Diese Europäische Norm wurde vom CEN/TC 139 "Lacke und Anstrichstoffe" aus der Arbeit des ISO/TC 61 "Plastics" der "International Organization for Standardization" (ISO) übernommen.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 1995, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 1995 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind folgende Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien und das Vereinigte Königreich.

## Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 3219:1993 wurde von CEN ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## 1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt die allgemeinen Grundsätze eines Verfahrens für die Messung der Viskosität von Polymeren und Harzen in flüssigem, emulgiertem oder dispergiertem Zustand (einschließlich Polymerdispersionen) bei einem definierten Geschwindigkeitsgefälle mit Hilfe eines Rotationsviskosimeters mit Standardgeometrie fest.

Durch Viskositätsmessungen nach dieser Norm wird das Verhältnis zwischen Schubspannung und Geschwindigkeitsgefälle bestimmt. Die Ergebnisse, die mit verschiedenen Geräten nach dieser Norm erhalten werden, sind vergleichbar und beziehen sich sowohl auf Geschwindigkeits- als auch auf Schubspannungsgesteuerte Geräte.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die, durch Hinweise in diesem Text, Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen in regelmäßigen Abständen der Überprüfung, und Parteien, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, sind gehalten, die Möglichkeit der Anwendung der neuesten Ausgaben der nachfolgend aufgeführten Normen anzuwenden. Die Mitglieder der IEC und der ISO verfügen über aktuelle Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 291:1977

Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing

## 3 Prinzip

Die Viskosität einer flüssigen Probe wird mit einem Rotationsviskosimeter mit definierten Geräteparimetern gemessen. Das Rotationsviskosimeter gestattet die gleichzeitige Messung des Geschwindigkeitsgefäßes und der Schubspannung.

Die Viskosität  $\eta$  ist durch die folgende Gleichung definiert:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

Hierin bedeuten:

- $\tau$  Schubspannung;
- $\dot{\gamma}$  Geschwindigkeitsgefälle.

Nach dem Internationalen Einheitensystem (SI) ist die Einheit der dynamischen Viskosität die Pascalsekunde (Pa · s):

$$1 \text{ Pa} \cdot \text{s} = 1 \text{ N} \cdot \text{s/m}^2$$

ANMERKUNG 1: Die Formelzeichen stimmen mit ISO 31-3:1992, Größen und Einheiten – Teil 3: Mechanik, überein.

ANMERKUNG 2: Hängt die Viskosität von dem Geschwindigkeitsgefälle ab, bei dem die Messung durchgeführt wird, d. h.  $\eta = f(\dot{\gamma})$ , dann spricht man von nicht-newtonsschem Verhalten der Flüssigkeit. Bei Flüssigkeiten, deren Viskosität unabhängig vom Geschwindigkeitsgefälle ist, spricht man von newtonsschem Verhalten.

## 4 Gerät

### 4.1 Rotationaviskosimeter

#### 4.1.1 Meßsystem

Das Meßsystem muß aus zwei festen, symmetrischen und koaxialen Flächen bestehen, zwischen die die Flüssigkeit gebracht wird, deren Viskosität zu messen ist. Eine dieser Flächen muß mit konstanter Winkelgeschwindigkeit rotieren (Rotor), während die andere fest steht (Stator). Das Meßsystem muß so beschaffen sein, daß das Geschwindigkeitsgefälle für jede Messung bestimmt werden kann.

Mit einer der Flächen muß eine Meßvorrichtung für das Drehmoment verbunden sein, so daß dasjenige Drehmoment ermittelt werden kann, bei dem der Reibungswiderstand der Flüssigkeit überwunden wird.

geeignete Meßsysteme sind unter anderem Systeme mit koaxialen Zylindern oder Kegel/Platte-Systeme.

Die Abmessungen des Meßsystems müssen so festgelegt sein, daß sie die in den Anhängen A und B festgelegten Bedingungen erfüllen. Letztere sind so gewählt, daß für alle Arten von Messungen und alle üblichen Grundtypen von Viskosimetern ein geometrisch ähnliches Fließfeld sichergestellt wird.

#### 4.1.2 Grundgerät

Das Grundgerät muß so gebaut sein, daß es verschiedene Rotor/Stator-Systeme aufnehmen, einen Bereich von definierten Drehzahlen (in Stufen oder stufenlos) erzeugen und das sich ergebende Drehmoment (oder alternativ bei vorgegebenem Drehmoment die sich ergebende Drehzahl) messen kann.

Die Genauigkeit der Drehmomentmessung muß  $\leq 2\%$  des Meßbereichsendwertes, die der Drehzahlmessung im normalen Arbeitsbereich des Gerätes  $\leq 2\%$  des Meßwertes betragen. Die Wiederholbarkeit der Viskositätsmessung muß  $\pm 2\%$  sein.

ANMERKUNG 3: Die meisten handelsüblichen Geräte umfassen aufgrund verschiedener Meßsysteme und Drehzahlen mindestens einen Viskositätsbereich von  $10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{s}$  bis  $10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ .

Der Bereich der Geschwindigkeitsgefälle unterscheidet sich stark je nach Gerät. Welches Grundgerät und welches Meßsystem zu wählen sind, hängt von den zu messen Viskositäten und Geschwindigkeitsgefällen ab.

#### 4.2 Vorrichtung zur Temperaturregelung

Die Temperatur der Badflüssigkeit im Kreislauf oder die Temperatur der elektrisch beheizten Wände muß in einem Bereich von 0 °C bis 50 °C auf  $\pm 0,2$  °C konstant gehalten werden und außerhalb dieses Temperaturbereiches auf  $\pm 0,5$  °C.

Engere Toleranzen (z. B.  $\pm 0,1$  °C) können für genauere Messungen erforderlich sein.

#### 4.3 Thermometer

Die Genauigkeit des Thermometers muß  $\pm 0,05$  °C betragen.

### 5 Probenahme

Das Verfahren der Probenahme einschließlich spezieller Verfahren zur Vorbereitung der Proben und zum Füllen des Viskosimeters müssen den Festlegungen in der Prüfnorm für das jeweilige Produkt entsprechen.

Die Proben dürfen keinerlei sichtbare Verunreinigungen oder Luftpässen enthalten.

Wenn die Proben hygroskopisch sind oder flüchtige Bestandteile enthalten, müssen die Probengefäße dicht verschlossen werden, um Auswirkungen auf die Viskosität möglichst klein zu halten.

## 6 Prüfbedingungen

### 6.1 Kalibrierung

Die Viskosimeter müssen regelmäßig kalibriert werden, z. B. durch Messung der Drehmomentcharakteristik oder mit Standardflüssigkeiten (Newtonische Flüssigkeiten) bekannter Viskosität. Wenn beim Messen der Standardflüssigkeit die Ausgleichsgerade durch die Meßpunkte im Rahmen der Meßgenauigkeit nicht durch den Koordinatennullpunkt geht, müssen Verfahren und Gerät entsprechend den Angaben des Herstellers genauer geprüft werden.

Die Viskositäten der Standardflüssigkeiten und der zu messenden Probe(n) müssen im gleichen Bereich liegen.

### 6.2 Prüftemperatur

Wollt die Viskosität temperaturabhängig ist, muß für Vergleichszwecke bei der gleichen Temperatur gemessen werden. Für Messungen bei Raumtemperatur wird vorzugsweise eine Temperatur von  $(23,0 \pm 0,2)$  °C gewählt.

Weitere Einzelheiten müssen den Festlegungen in der Prüfnorm für das jeweilige Produkt entsprechen.

**ANMERKUNG 4:** Während der Messung entsteht in der Probe Wärme. Bei newtonischen Flüssigkeiten unter adiabatischen Prüfbedingungen ergibt sich eine Wärmeentwicklung entsprechend  $\eta \cdot \dot{\gamma}^2$  (W/m<sup>3</sup>). Es resultiert eine Temperaturerhöhung der Probe.

### 6.3 Wahl des Geschwindigkeitsgefäßes

Das Geschwindigkeitsgefäß muß den Festlegungen in der Prüfnorm für das jeweilige Produkt entsprechen.

Es ist vorteilhaft, alle newtonischen Produkte und besonders nicht-newtonische Produkte mit möglichst vielen unterschiedlichen Geschwindigkeitsgefäßen (mindestens 4) zu messen. Dies hängt von den Einstellmöglichkeiten oder Programmen für die Drehzahl (bzw. das Drehmoment bei schubspannungsgeregelten Gräten) des verwendeten Grundgerätes ab. Damit die Viskosität als Funktion des Geschwindigkeitsgefäßes aussagekräftig aufgezeichnet werden kann, müssen die verwendeten Geschwindigkeitsgefäß stark unterschiedlich sein.

Für den Vergleich von Viskositätswerten, die mit unterschiedlichen Geräten ermittelt wurden, sollten die Geschwindigkeitsgefäß aus einer der folgenden Reihen ausgewählt werden:

$1,00 \text{ s}^{-1} - 2,50 \text{ s}^{-1} - 6,30 \text{ s}^{-1} - 16,0 \text{ s}^{-1} - 40,0 \text{ s}^{-1} - 100 \text{ s}^{-1} - 250 \text{ s}^{-1}$

oder

$1,00 \text{ s}^{-1} - 2,50 \text{ s}^{-1} - 5,00 \text{ s}^{-1} - 10,0 \text{ s}^{-1} - 25,0 \text{ s}^{-1} - 50,0 \text{ s}^{-1} - 100 \text{ s}^{-1}$

bzw. diese Werte mit 100 multipliziert oder durch 100 dividiert.

Wenn ein Grundgerät die Wahl dieser Werte nicht zuläßt, müssen diese Werte für das Geschwindigkeitsgefäß aus der Viskositätskurve ausgewählt werden.

Man mißt nicht-newtonische Flüssigkeiten zunächst mit zunehmendem Geschwindigkeitsgefäß, d. h. mit steigenden Drehzahlen und nach Erreichen der höchsten Geschwindigkeit mit abnehmendem Geschwindigkeitsgefäß.

**ANMERKUNG 5:** Auf diese Weise lassen sich auch Thixotropie und Rheopexie erfassen, allerdings nur qualitativ.

Bei thixotropen und rheopexen Flüssigkeiten müssen die Prüfbedingungen den Festlegungen in der Prüfnorm für das jeweilige Produkt entsprechen.

Vor jeder Messung muß die Probe im Viskosimeter ausreichend Zeit haben, damit sich eine vorhandene thixotropen Struktur wieder einstellen kann. Die erforderliche Zeit hängt von der Art der Probe ab.

Zeigen die abgelesenen Werte bei steigendem und fallendem Geschwindigkeitsgefäß nur zufällige Streuungen, können sie gemittelt werden. Wenn ein systematischer Unterschied beobachtet wird, wie beispielsweise bei thixotropen Systemen, müssen beide Werte angegeben werden.

### 6.4 Durchführung

Falls durch die Prüfnorm für das jeweilige Produkt nicht andere festgelegt, die Viskosität dreimal, jeweils mit einer neuen Probenmenge, nach Anhang A oder B bestimmt. Auswertung der Viskositätsmessungen siehe Anhang A und B.

Wenn die Viskosität eines bestimmten Produktes bei unterschiedlichen Temperaturen zu bestimmen ist, die Fließkurve bei jeder Temperatur mit derselben Probenmenge bestimmen, vorausgesetzt, daß das gewählte Meßsystem über den gesamten Temperaturbereich anwendbar ist (die Temperaturabhängigkeit der Viskosität kann die Verwendung eines anderen Meßsystems erforderlich machen).

Wiederholungsmessungen mit einer neuen Probenmenge durchführen, und die Viskosität zunächst bei steigenden und danach fallenden Temperaturen bestimmen.

Vor jeder neuen Messung sollte die Probe im Viskosimeter die erforderliche Temperatur angenommen haben.

## 7 Auswertung

Die Viskosität  $\eta$  in Pa·s entstand der in der Betriebsanleitung angegebenen Gleichungen oder der Tabellen bzw. Nomogramme für das Meßgerät berechnen. Aus den Werten der drei Messungen den arithmetischen Mittelwert berechnen.

Zusammen mit Viskositätswerten die Temperatur und das Geschwindigkeitsgefäß in Klammern angeben, z. B.

$\eta (23^\circ\text{C}, 1600 \text{ s}^{-1}) = 4,25 \text{ Pa} \cdot \text{s}$

Werden Viskositätswert bei unterschiedlichen Temperaturen und Geschwindigkeiten fallen gemessen, die Meßwerte zur Darstellung dieser Beziehungen graphisch aufzutragen.

Seite 4  
EN ISO 3219:1994

## 8 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß folgende Angaben enthalten:

- a) Nummer und Ausgabejahr dieser Internationalen Norm;
- b) alle Einzelheiten, die zur Identifizierung des geprüften Materials notwendig sind;
- c) Datum der Probenahme;
- d) Prüftemperatur in °C;
- e) Einzelheiten zur Vorbereitung der Probe;
- f) Beschreibung des Meßsystems des angewandten Viskosimeters;
- g) Fließkurve aus allen Werten für die Schubspannung  $\tau$  in Pa und den zugehörigen Geschwindigkeitsgefällen  $\dot{\gamma}$  in  $s^{-1}$ ;

h) bei Einpunktmeßung n den Viskositätswert, zusammen mit der Temperatur und dem Geschwindigkeitsgefälle, bei denen die Bestimmung durchgeführt wurde (siehe Abschnitt 7);

i) bei thixotropen und rheopexen Flüssigkeiten die Meßbedingungen, z. B. Verweilzeiten und gesamte Scherbeanspruchung;

j) Meßzeiten (d. h. die Zeitdauer, die nach dem Erreichen des geforderten Geschwindigkeitsgefälles bis zum Ablesen verstreicht);

k) Einzelwerte der Viskositätsmessungen in Pa·s bzw. in mPa·s und ihre arithmetischen Mittelwerte;

l) von dieser Norm abweichende vereinbarte Prüfbedingungen, z. B. Meßsysteme mit anderen Abmessungen;

m) Prüfdatum.

## Anhang A (normativ)

### Viskosimeter mit koaxialen Zylindern

#### A.1 Systembeschreibung

Das Meßsystem besteht aus einem Becher (d. h. dem unten geschlossenen Außenzyylinder) und einem Innenkörper (d. h. dem inneren Zylinder mit Schaff, wie in Bild A.1 dargestellt). Der Innenkörper kann als Rotor dienen und der Becher als Stator, oder umgekehrt.

#### A.2 Berechnungsverfahren

Über den ringförmigen Querschnitt von Rotationsviskosimetern mit koaxialen Zylindern sind die Schubspannung  $\tau$  und das Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}$  nicht konstant, sondern nehmen von innen nach außen ab (Searle-Typ oder umgekehrt Couette-Typ). Darüber hinaus hängt die Veränderung von  $\dot{\gamma}$  auch von den rheologischen Eigenschaften des geprüften Materials ab.

Es ist üblich,  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  als "repräsentative" Werte<sup>1)</sup> zu berechnen, die nicht an der Oberfläche des Meßsystems selbst auftreten (d. h. am äußeren Radius  $r_e$  oder am inneren Radius  $r_i$ ), sondern an einem bestimmten geometrischen Ort innerhalb des Meßpalts. Es wurde nachgewiesen (sowohl theoretisch als auch experimentell), daß die nach den Gleichungen (A.2) und (A.3) berechneten repräsentativen Werte  $\tau_{rep}$  und  $\dot{\gamma}_{rep}$  das Strömungsverhalten von allen Flüssigkeiten, die einem Potenzgesetz folgen (Ostwald - de Waele), für einen Exponenten im Bereich von 0,3 bis 2,0 in sehr guter Annäherung beschreiben.

Die Schubspannung in Pa wird nach den Gleichungen (A.1) und (A.2) aus dem Drehmoment  $M$  berechnet, das am inneren Zylinder (Radius  $r_i$ ) oder am äußeren Zylinder (Radius  $r_e$ ) gemessen wurde. Diese beiden Radien werden in m angegeben.

$$\tau_i = \frac{M}{2\pi L r_i^2 C_L}; \quad \tau_e = \frac{M}{2\pi L r_e^2 C_L} \quad (A.1)$$

$$\begin{aligned} \tau_{rep} &= \frac{\tau_i + \tau_e}{2} = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \times \tau_i = \frac{1 + \delta^2}{2} \times \tau_e \\ &= \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2} \times \frac{M}{2\pi L r_i^2 C_L} \end{aligned} \quad (A.2)$$

Hierin bedeuten, zusätzlich zu den vorstehend erwähnten Größen:

$M$  Drehmoment in Nm;

$\delta$  Verhältnis des Radius des Außenzyinders zum Radius des Innenzyinders;

$L$  Länge, in m, des inneren Zylinders;

$C_L$  Faktor für die Stirnflächenkorrektur, der das an den Endflächen des Meßsystems wirkende Drehmoment berücksichtigt (dieser Korrekturfaktor hängt von der Geometrie des Meßsystems und von den rheologischen Eigenschaften der Flüssigkeit ab und muß für jeden Typ der Meßgeometrie experimentell bestimmt werden).

Das repräsentative Geschwindigkeitsgefälle, in  $s^{-1}$ , ergibt sich aus

$$\dot{\gamma}_{rep} = \omega \times \frac{1 + \delta^2}{\delta^2 - 1} \quad (A.3)$$

wobei  $\omega$  die Winkelgeschwindigkeit in rad/s ist.

Wenn die Drehzahl  $n$  in  $min^{-1}$  angegeben wird, ergibt sich

$$\omega = \frac{2\pi n}{60} = 0,1047 n$$

<sup>1)</sup> Siehe Giesekus, H. und Langer, G.: Bestimmung der wahren Fließkurven von nicht-newtonischen Flüssigkeiten und Kunststoffen nach dem Verfahren der repräsentativen Viskosität. *Rheologica Acta* 16 (1977), Nr 1, S. 1-22.

**A.3 Standardgeometrie (siehe Bild A.1)**

Den Abmessungen dieses auf ein bestimmtes Viskosimeter abgestimmten Meßsystems liegen die folgenden Verhältnisse zugrunde; diese stellen für alle Einsatzbereiche und alle Grundgerät ein geometrisch ähnliches Fließfeld sicher:

$$\delta = \frac{r_e}{r_i} = 1,0847$$

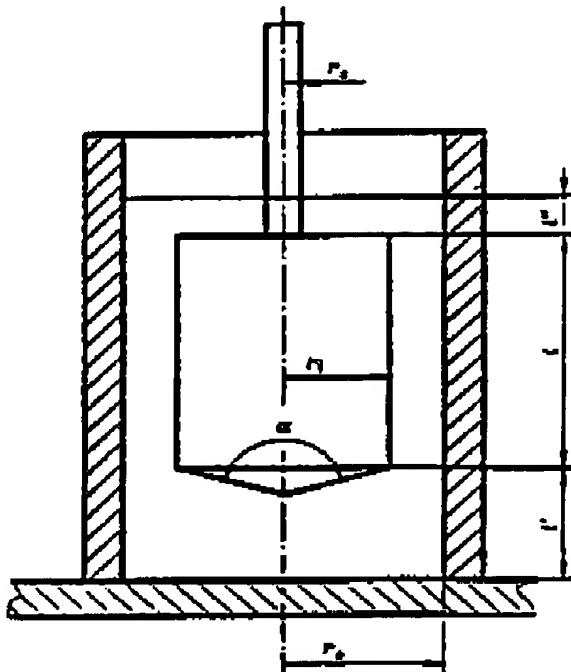
$$\frac{L}{r_i} = 3$$

$$\frac{L'}{r_i} = 1$$

$$\frac{L''}{r_i} = 1$$

$$\frac{r_e}{r_i} = 0,3$$

$$\alpha = 120^\circ$$



- $\delta$  Verhältnis der Radien von Außen- und Innenzylinder;
- $L$  Länge des Innenzylinders;
- $L'$  Abstand zwischen der Unterkante des Innenzylinders und dem Boden des Außenzyllnders;
- $L''$  eintauchende Schaftlänge;

**ANMERKUNG 1:** Der Kegel am unteren Ende des Innenzyllnders erleichtert das Einführen des Zylinders in den mit der Flüssigkeit gefüllten Becher, ohne daß Luftblasen entstehen.

**ANMERKUNG 2:** Koaxiale Zylindersysteme erfordern eine genaue Anpassung der Achsen von Innen- und Außenzyllndern.

**Bild A.1: Koaxiales Zylindersystem mit Standardgeometrie**

Das Volumen der Probe hängt nur vom Radius des Innenzyllnders  $r_i$  ab und ist durch folgende Gleichung gegeben:

$$V = 8,17 r_i^3 \quad (\text{A.4})$$

Für Meßsysteme mit dieser Standardgeometrie ist der Stirnflächenfaktor  $C_L$  unabhängig vom Radius  $r_i$ . Für newtonische Flüssigkeiten wurde als empirischer Wert für den Stirnflächenfaktor

$$C_L = 1,10$$

gefunden. Für nicht-newtonische Flüssigkeiten ist  $C_L$  nicht konstant, sondern hängt vom Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}$  und den rheologischen Eigenschaften der Flüssigkeit ab.

**ANMERKUNG 6:** Für strukturviskose Flüssigkeiten kann  $C_L$  bei bestimmten Geschwindigkeitsgefällen Werte bis zu 1,2 erreichen. Für plastische Flüssigkeiten, die eine Fließgrenze aufweisen, wurden bei geringen Schergeschwindigkeiten  $C_L$ -Werte bis zu 1,28 gefunden.

Mit  $C_L = 1,10$  (newtonisch Flüssigkeiten) und  $\delta^2 = 1,17657$  und  $r_{\text{rep}} = 0,925 \cdot r_i = 1,088 \cdot r_e$  ergeben sich die folgenden Zahlengleichungen, wenn die repräsentative Schubspannung  $r_{\text{rep}}$  in Pa, das Drehmoment  $M$  in N·m, das repräsentative Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}_{\text{rep}}$  in  $\text{s}^{-1}$  und die Winkelgeschwindigkeit  $\omega$  in  $\text{rad/s}$ , der Innere Radius  $r_i$  in m und die Drehzahl  $\pi$  in  $\text{min}^{-1}$  angegeben werden:

repräsentative Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}_{\text{rep}}$  in  $\text{s}^{-1}$  und die Winkelgeschwindigkeit in  $\text{rad/s}$ , der Innere Radius  $r_i$  in m und die Drehzahl  $\pi$  in  $\text{min}^{-1}$  angegeben werden:

$$\dot{\gamma}_{\text{rep}} = 0,0446 \times \frac{M}{r_i^3} \quad (\text{A.5})$$

$$\dot{\gamma}_{\text{rep}} = 12,38 \omega = 1,291 \pi \quad (\text{A.6})$$

**A.4 Andere Meßgeometrien**

Ist aus bestimmten Gründen die Anwendung der Standardgeometrie nicht möglich, können Meßsysteme mit anderen Abmessungen gewählt werden. Damit die Berechnungsverfahren nach A.2 angewendet werden können, müssen die folgenden Bedingungen erfüllt sein:

$$\delta = \frac{r_e}{r_i} \leq 1,2$$

$$\frac{L}{r_i} \geq 3$$

$$\frac{L'}{r_i} \geq 1$$

$$90^\circ \leq \alpha \leq 150^\circ$$

Seite 6  
EN ISO 3219 : 1994

Der Stirnflächenfaktor  $C_L$  nimmt gegenüber der Standardgeometrie andere (meist höhere) Werte an.

**ANMERKUNG 7:** Ein enger Meßspalt, z. B.  $\delta \leq 1.2$ , stellt sicher, daß das einfache und leicht zu berechnende Konzept der repräsentativen Viskosität ein gute Annäherung darstellt. Es hat sich gezeigt, daß die repräsentative Viskosität bei entsprechendem Geschwindigkeitsgefälle sich nur geringfügig vom wahren Wert unterscheidet ( $\leq 3.5\%$ ). Für die Standardgeometrie ist der Fehler im allgemeinen viel kleiner.

### A.5 Auswertung

Die am Meßgerät abgelesenen Drehmomentwerte und die entsprechenden Werte für die Drehzahl  $\omega$  in einem linear geteilten rechtwinkligen Koordinatensystem auftragen. Durch die Meßpunkte eine Ausgleichskurve legen. Aus der Kurve Wertepaare für das Drehmoment und die Drehzahl ablesen und diese nach den folgenden Gleichungen in die entsprechenden Werte für Schubspannung und Geschwindigkeitsgefälle umwandeln:

Gleichung (A.2) oder (A.6) für die Schubspannung  $\tau$ :  
Gleichung (A.3) oder (A.6) für das Geschwindigkeitsgefälle  $\dot{\gamma}$ .

Wenn möglich, die Werte von  $\tau$  oder  $\dot{\gamma}$  so auswählen, daß sie eine geometrische Reihe bilden. Durch Auftragen der Wertepaare erhält man die Kurve  $\tau = f(\dot{\gamma})$ .

Ist diese Fließkurve eine Gerade, die durch den Nullpunkt des Koordinatensystems geht, dann kann die Viskosität mit einem einzigen Zahlenwert, berechnet aus der Steigung dieser Geraden, d. h. dem Quotienten  $\tau/\dot{\gamma}$  jedes Meßwerte-paars ( $\tau, \dot{\gamma}$ ), angegeben werden.

Stellt die Fließkurve keine Gerade dar, so können entsprechende Werte für  $\tau$  und  $\dot{\gamma}$  abgelesen werden. Der Quotient  $\tau/\dot{\gamma}$  kann dann gegen  $\tau$  oder  $\dot{\gamma}$  als von der Schubspannung bzw. vom Geschwindigkeitsgefälle abhängige Viskosität aufgetragen werden [Viskositätskurve  $\eta(\tau)$  oder  $\eta(\dot{\gamma})$ ].

Alle Meß- und Rechenwerte auf drei wertanziehende Ziffern gerundet angeben, z. B.

$$\dot{\gamma} = 42.8 \text{ s}^{-1}; \quad \eta = 0.318 \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

$$\tau = 19.6 \text{ Pa}; \quad \theta = 23.0^\circ\text{C}$$

## Anhang B (normativ)

### Kegel/Platte-System

#### B.1 Systembeschreibung

Das Meßsystem besteht aus einem rotierenden Kegel mit Schaft und einer festen Platte (siehe Bild B.1).

Der Winkel  $\alpha$  zwischen dem Kegel und der Platte muß möglichst klein, vorzugsweise nicht größer als  $1^\circ$  und auf keinen Fall größer als  $4^\circ$  sein. Beträgt dieser Winkel mehr als  $1^\circ$ , ist dies im Prüfbericht anzugeben. Der Vorteil des Kegel/Platte-Systems ist, daß für solche kleinen Winkel das Geschwindigkeitsgefälle über den konischen Spalt als konstant angesehen werden kann.

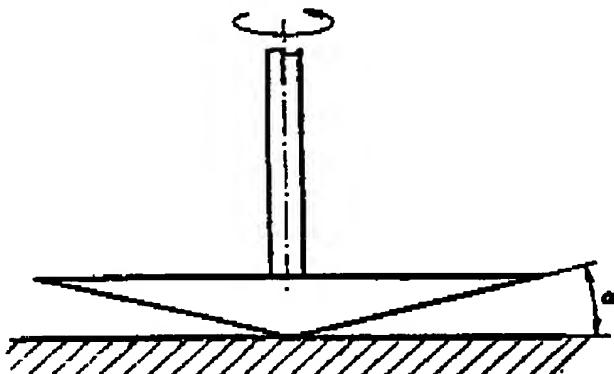


Bild B.1: Geometrie eines Kegel/Platte-Systems

#### B.2 Berechnungsverfahren

Wenn  $\alpha \leq 0.05 \text{ rad}$  (d. h.  $\alpha \leq 3^\circ$ ) ist, können die folgenden Gleichungen für die Berechnung der Schubspannung  $\tau$  und des Geschwindigkeitsgefäßes  $\dot{\gamma}$  angewendet werden:

$$\tau = \frac{3M}{2\pi r^3} \quad (B.1)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\omega}{\alpha} \quad (B.2)$$

Hierin bedeuten:

- $M$  Drehmoment in  $\text{N} \cdot \text{m}$ ;
- $r$  Radius, in  $\text{m}$ , des Kegels;
- $\alpha$  Winkel, in  $\text{rad}$ , zwischen Kegel und Platte ( $1 \text{ rad} = 180^\circ/\pi$ );
- $\omega$  Winkelgeschwindigkeit, in  $\text{rad/s}$ .

Um Reibung zu vermeiden, die durch Kontakt zwischen Kegel und Platte entsteht, können abgestumpfte Kegel verwendet werden. Solche Kegel können auch verwendet werden, wenn die Probe Feststoffteilchen enthält.

Bei Kegel/Platte-Systemen muß die Kegelachse exakt senkrecht zur Platte ausgerichtet sein. Ebenso muß der Kontaktpunkt zwischen Kegel und Platte genau eingestellt sein (oder genaue Einstellung des Spaltes bei abgestumpften Kegeln). Ferner ist wichtig, daß der Spalt zwischen Kegel und Platte vollständig gefüllt ist (weder überfüllen, noch unterfüllen).

**ANMERKUNG 8:** Es ist zu beachten, daß sich die Spaltbreite mit der Temperatur ändert.

## DEUTSCHE NORM

Oktober 1994

**BASF**

**Kunststoffe**  
**Polymere/Harze in flüssigem, emulgiertem**  
**oder dispergiertem Zustand**  
 Bestimmung der Viskosität mit einem Rotationsviskosimeter bei  
 definiertem Geschwindigkeitsgradienten  
 (ISO 3219 :1993) Deutsche Fassung EN ISO 3219 :1994

**DIN****EN ISO 3219**

ICS 83.080.00

Deskriptoren: Kunststoff, Polymer, Harz, Viskositätsmessung

Plastics — Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions —  
 Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate  
 (ISO 3219 :1993);  
 German version EN ISO 3219 :1994

Plastiques — Polymères/résines à l'état liquide, en émulsion ou en dispersion —  
 Détermination de la viscosité au moyen d'un viscomètre rotatif à gradient de  
 vitesse de cisaillement défini  
 (ISO 3219 :1993);  
 Version allemande EN ISO 3219 :1994

**Die Europäische Norm EN ISO 3219 :1994 hat den Status einer Deutschen Norm.**

**Nationales Vorwort**

Diese Europäische Norm fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 139 "Lacke und Anstrichstoffe" (Sekretariat: Deutschland). Die ihr zugrundeliegende Internationale Norm ISO 3219 wurde vom ISO/TC 61, Plastics, SC 5, Physical-chemical properties, in Zusammenarbeit mit dem ISO/TC 45, Rubber and rubber products, und dem ISO/TC 35, Paints and varnishes, ausgearbeitet.

Für die im Abschnitt 2 zitierte Internationale Norm wird im folgenden auf die entsprechende Deutsche Norm hingewiesen:

ISO 291

Sachlich in DIN 50014 enthalten.

**Nationaler Anhang NA (informativ)**

Literaturhinweise in nationalen Zusätzen

DIN 50014 Klima und ihre technische Anwendung — Normalklima

**Internationale Patentklassifikation**

C 08 J 009/02

G 01 N 011/14

Fortsetzung 6 Seiten EN

Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.  
 Normenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN  
 Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN

BASF-Aktiengesellschaft  
67056 LudwigshafenTechnische Dokumentation und  
Standardisierung

WN-Register 63

© DIN Deutsches Institut für Normung e.V. • Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise,  
 nur mit Genehmigung des DIN Deutschen Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

Altbuchverkauf der Normen durch Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

Vervielfältigung laut DIN-Merkblatt 3

Ref. Nr. DIN EN ISO 3219 : 1994-10  
Preisgr. 07 Vertr.-Nr. 2307

**EUROPEAN STANDARD**  
[in German, English, and French]

**EN ISO 3219**  
August 1994

DK 678.6/7:532.13

Descriptors: Plastic, polymer; resin, testing, determination, viscosity

**German version**

Plastics  
Polymers/resins in the liquid, emulsified  
or dispersed state  
Determination of viscosity using a rotation viscosimeter at a  
defined shear rate  
(ISO 3219:1993)

[Title repeated in English and French]

This European Standard was adopted by CEN on 8/22/94.

The CEN members are required to fulfill the CEN/CENELEC regulations in which the conditions are established under which this European Standard must be given the status of a national standard, without any changes.

Lists of these national standards, in the most current version, with their bibliographical information, are available from the CEN central secretariat or from any CEN member, upon request.

This European Standard exists in three official versions (German, English, French). If a version is produced in a different language by a CEN member under its own responsibility, by translation into its national language, and the CEN central secretariat is informed, it has the same status as the official versions.

CEN members are the national standardization institutes of Belgium, Denmark, Germany, Finland, France, Greece, Ireland, Iceland, Italy, Luxembourg, the Netherlands, Norway, Austria, Portugal, Sweden, Switzerland, Spain, and the United Kingdom.

**CEN**  
**EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION**  
[in German, English, and French]

**Central Secretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brussels**

© 1994. The copyright is reserved to the CEN members.

Ref. No. EN ISO 3219:1994 D

Page 2  
EN ISO 3219:1994

### **F reward**

This European Standard was taken over by the CEN/TC 139 "Paints and Coatings" from the work of the ISO/TC 61 "Plastics" of the "International Organization for Standardization" (ISO).

This European Standard must receive the status of a national standard, either by publication of an identical text or by recognition, by February 1995, and any national standards that contradict it must be withdrawn by February 1995.

In accordance with the CEN/CENELEC regulations, the following countries are required to take over this European Standard:

Belgium, Denmark, Germany, Finland, France, Greece, Ireland, Iceland, Italy, Luxembourg, the Netherlands, Norway, Austria, Portugal, Sweden, Switzerland, Spain, and the United Kingdom.

### **Recognition Notice**

The text of the International Standard ISO 3219:1993 was approved by the CEN without any changes.

#### **1. Area of Application**

This International Standard establishes the general principles of a method for measuring the viscosity of polymers and resins in the liquid, emulsified, or dispersed state (including polymer dispersions) at a defined shear rate, using a rotation viscosimeter with standard geometry.

The relationship between shear stress and shear rate is determined by viscosity measurements according to this standard. The results that are obtained according to this standard, using different devices, are comparable and relate both to devices that are controlled by shear rate and those controlled by shear stress.

#### **2. Standard-related Instructions**

The following standards contain determinations that are a component of this International Standard, based on references in this text. At the time of publication, all the editions indicated were valid. All of the standards are subject to review at regular intervals, and parties whose agreements are based on this International Standard are requested to use the latest editions of the standards listed below, if possible. The members of the IEC and the ISO have current listings of the valid International Standards.

ISO 291:1977  
Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing

#### **3. Principle**

The viscosity of a liquid sample is measured using a rotation viscosimeter with defined equipment parameters. The rotation viscosimeter permits simultaneous measurement of the shear rate and the shear stress.

The viscosity  $\eta$  is defined by the following equation:

[see original for equation]

where

$\tau$  = shear stress,  
= shear rate.

According to the International Unit System (SI), the unit of dynamic viscosity is the Pascal second (Pa · s):

[see original for equation]

NOTE 1: The equation symbols agree with ISO 31-3:1992, Variables and Units – Part 3: Mechanics.

NOTE 2: If the viscosity depends on the shear rate at which the measurement is performed, i.e. [equation], the fluid demonstrates non-Newtonian behavior. Fluids whose viscosity is independent of the shear rate demonstrate Newtonian behavior.

#### 4. Device

##### 4.1 Rotation Viscosimeter

###### 4.1.1 Measuring System

The measuring system must consist of two fixed, symmetrical, and coaxial surfaces, and the fluid whose viscosity is to be measured must be brought between them. One of these surfaces must rotate at a constant velocity (rotor), while the other is fixed in place (stator). The measurement system must be composed in such a way that the shear rate can be determined for any measurement.

A measuring device for the torque must be connected with one of the surfaces, in such a way that the torque at which the friction resistance of the fluid is overcome can be measured.

Suitable measuring systems are, among others, systems with coaxial cylinders or cone/plate systems.

The dimensions of the measuring system must be established in such a way that they fulfill the requirements established in Appendices A and B. These requirements are selected in such a way that a geometrically similar flow field is ensured for all types of measurements and all the usual basic types of viscosimeters.

###### 4.1.2 Basic Device

The basic device must be built in such a way that it can hold different rotor/stator systems, generate a range of defined rpm's (in steps or infinitely adjustable), and measure the resulting torque (or alternatively, measure the resulting rpm's at a given torque).

The accuracy of the torque measurement must be  $\leq 2\%$  of the measurement range end value, the accuracy of the torque measurement must be  $\leq 2\%$  of the measured value in the normal working range of the device. The reproducibility of the viscosity measurement must be  $\pm 2\%$ .

NOTE 3: Most commercially available devices cover a viscosity range of at least  $10^{-2}$  Pa · s to  $10^3$  Pa · s, on the basis of different measuring systems and torques.

The range of the shear rates differs greatly, depending on the device. The question as to what basic device and what measuring system to select depends on the viscosity values and the shear rates to be measured.

Page 3  
EN ISO 3219:1994

#### **4.2 Device for Temperature Regulation**

The temperature of the bath fluid in the circulation or the temperature of the electrically heated walls must be kept constant to an accuracy of  $\pm 0.2$  °C in a range from 0 °C to 50 °C, and to an accuracy of  $\pm 0.5$  °C outside of this temperature range.

Closer tolerances (e.g.  $\pm 0.1$  °C) can be required for more precise measurements.

#### **4.3 Thermometer**

The accuracy of the thermometer must be  $\pm 0.05$  °C.

### **5. Sampling**

The sampling process, including special methods for the preparation of the samples and for filling the viscosimeter, must correspond to the determinations in the test standard for the product in question.

The samples are not allowed to contain any kind of contaminant or air bubbles.

If the samples are hygroscopic or contain volatile components, the sample containers must be tightly sealed, in order to keep the effects on the viscosity as low as possible.

### **6. Test Conditions**

#### **6.1 Calibration**

The viscosimeters must be calibrated regularly, e.g. by measuring the torque characteristics or by using standard fluids (Newtonian fluids) with a known viscosity. If the straight equalization line through the measured points does not pass through the coordinate zero point, within the framework of measurement accuracy, the method and the device must be tested more precisely, in accordance with manufacturer instructions.

The viscosity values of the standard fluids and the sample(s) to be measured must lie in the same range.

#### **6.2 Test Temperature**

Because the viscosity is temperature-dependent, measurements must be taken at the same temperature, for comparison purposes. For measurements at room temperature, a temperature of  $23.0 \pm 0.2$  °C is preferably selected.

Additional details must correspond to the determinations in the test standard of the product in question.

NOTE 4: During the measurement, heat is produced in the sample. In the case of Newtonian fluids under adiabatic test conditions, heat development occurs in accordance with [equation]. This results in a temperature increase of the sample.

#### **6.3 Selection of the Shear Rate**

The shear rate must correspond to the determinations in the test standard for the product in question.

It is advantageous to measure all Newtonian products and, in particular, all non-Newtonian products with as many different shear rates as possible (at least 4). This depends on the adjustment possibilities or programs for the speed of rotation (or the torque for devices that are controlled on the basis of shear

stress) of the basic device being used. In order to be able to record the viscosity as a function of the shear rate, in a sufficiently informative manner, the shear rates used must be very different.

For a comparison of viscosity values that were determined using different devices, the shear rates should be selected from one of the following series:

1.00 s<sup>-1</sup> – 2.50 s<sup>-1</sup> – 6.30 s<sup>-1</sup> – 16.0 s<sup>-1</sup> – 40.0 s<sup>-1</sup> – 100 s<sup>-1</sup> – 250 s<sup>-1</sup>

or

1.00 s<sup>-1</sup> – 2.50 s<sup>-1</sup> – 5.00 s<sup>-1</sup> – 10.0 s<sup>-1</sup> – 25.0 s<sup>-1</sup> – 50.0 s<sup>-1</sup> – 100 s<sup>-1</sup>

or these values multiplied by 100 or divided by 100.

If a basic device does not permit the selection of these values, these values for the shear rate must be selected from the viscosity curve.

Non-Newtonian fluids are first measured using an ascending shear rate, i.e. using ascending speeds of rotation and, after the highest speed has been reached, using a descending shear rate.

NOTE 5: In this manner, thixotropism and rheopexia can also be determined, although this can only be done quantitatively.

In the case of thixotropic and rheopexic fluids, the test conditions must correspond to the determinations in the test standard for the product in question.

Before every measurement, the sample must have sufficient time in the viscosimeter so that the existing thixotropic structure can be restored. The time required depends on the type of sample.

If the values read at ascending and descending shear rates demonstrate only random variations, they can be averaged. If a systematic difference is observed, such as in the case of thixotropic systems, for example, both values must be indicated.

#### 6.4 Implementation

Unless the test standard for the product in question states otherwise, determine the viscosity three times, with a new sample amount in each instance, in accordance with Appendix A or B.

For an assessment of the viscosity measurements, see Appendix A and B.

If the viscosity of a certain product is supposed to be determined at different temperatures, determine the flow curve at each temperature with the same sample amount, provided that the measuring system selected can be used over the entire temperature range (the temperature dependence of the viscosity can make it necessary to use a different measuring system).

Carry out repeat measurements with a new sample amount, and determine the viscosity first with ascending temperatures and then with descending temperatures.

Before every new measurement, the sample should have acquired the necessary temperature in the viscosimeter.

#### 7. Evaluation

Calculate the viscosity  $\eta$  in Pa · s on the basis of the equations indicated in the operating instructions, or the tables or nomograms for the measuring device. Calculate the arithmetic mean from the values for the three measurements.

Together with the viscosity values, indicate the temperature and the shear rate in parentheses, e.g.

$$\eta (23 \text{ }^{\circ}\text{C}, 1600 \text{ s}^{-1}) = 4.25 \text{ Pa} \cdot \text{s}$$

If viscosity values are measured at different temperatures and shear rates, graphically plot the measured values to show these relationships.

Page 4  
EN ISO 3219:1994

## 8. Test Report

The test report must contain the following information:

- a) Number and publication year of this International Standard;
- b) all details that are necessary to identify the material being tested;
- c) date of sampling;
- d) test temperature in °C;
- e) details concerning preparation of the sample;
- f) description of the measuring system of the viscosimeter being used;
- g) flow curve of all the values for the shear stress  $\tau$  in Pa and the related shear rates [symbol] in  $s^{-1}$ ;
- h) in the case of single-point measurements, the viscosity value, together with the temperature and the shear rate at which the determination was performed (see Section 7);
- i) in the case of thixotropic and rheopexic fluids, the measurement conditions, e.g. dwell times and total shear stress;
- j) measurement times (i.e. the time period that elapses after the required shear rate is reached, until the reading occurs);
- k) individual values of the viscosity measurements in  $Pa \cdot s$ , or in  $mPa \cdot s$ , and their arithmetic means;
- l) agreed test conditions that deviate from this standard, e.g. measuring systems with different dimensions;
- m) test date.

## Appendix A (standard-related)

### Viscosimeter with coaxial cylinders

#### A.1 System Description

The measuring system consists of a beaker (i.e. the outer cylinder, closed off at the bottom) and an inner element (i.e. the inner cylinder with shaft, as shown in Fig. A.1). The inner element can serve as the rotor, and the beaker as the stator, or vice versa.

#### A.2 Calculation Method

The shear stress  $\tau$  and the shear rate [symbol] are not constant over the ring-shaped cross-section of rotation viscosimeters with coaxial cylinders; instead, they decrease from the inside to the outside (Searle type or, conversely, Couette type). Furthermore, the change in [symbol] also depends on the rheological properties of the material being tested.

It is usual to calculate  $\tau$  and [symbol] as "representative" values<sup>1)</sup>, which occur not at the surface of the measuring system itself, (i.e. at the outer radius  $r_{[illegible symbol]}$  or the inner radius  $r_i$ ), but rather at a certain geometric location within the measurement gap. It was proven (both theoretically and experimentally) that the representative values  $\tau_{rep}$  and [symbol]<sub>rep</sub> calculated according to Equations (A.2) and (A.3) describe the flow behavior of all fluids that follow a law of powers (Ostwald – de Waele) for an exponent in the range of 0.3 to 2.0, with a very good approximation.

The shear stress in Pa is calculated from the torque  $M$ , which was measured at the inner cylinder (radius  $r_i$ ) or the outer cylinder  $r_{[illegible]}$ , in accordance with Equations (A.1) and (A.2). These two radii are indicated in m.

[see original for Equations A.1 and A.2]

In these equations, in addition to the variables indicated above:

M torque in Nm;  
δ ratio of the radius of the outer cylinder to the radius of the inner cylinder;  
L length of the inner cylinder in m;  
C<sub>L</sub> factor for the face surface correction, which takes the torque that acts on the end surfaces of the measuring system into consideration (this correction factor depends on the geometry of the measuring system and on the rheological properties of the fluid, and must be determined by experiments for each type of measurement geometry).

The representative shear rate, in  $s^{-1}$ , results from

[see original for Equation A.3]

where  $\omega$  is the angular velocity in rad/s.

If the speed of rotation  $n$  is indicated in  $min^{-1}$ , this yields

[see original for equation]

1) See Giesekus, H., and Langer, G.: Bestimmung der wahren Fließkurven von nicht-newtonischen Flüssigkeiten und Kunststoffen nach dem Verfahren der repräsentativen Viskosität [Determination of the true flow curves of non-Newtonian fluids and plastics according to the method of representative viscosity], *Rheologica Acta* 16, (1977), No. 1, p. 1-22.

Page 5  
EN ISO 3219:1994

### A.3 Standard Geometry (see Fig. A.1)

The dimensions of this measuring system, which are coordinated with a specific viscosimeter, are based on the following relationships; these ensure a geometrically similar flow field for all areas of use and all basic devices:

[see original for equations and diagram]

- $\delta$  ratio of the radii of the outer cylinder and the inner cylinder;
- $L$  length of the inner cylinder;
- $L'$  distance between the lower edge of the inner cylinder and the bottom of the outer cylinder;
- $L''$  length of the shaft that is submerged;
- $r_i$  radius of the inner cylinder;
- $r_{[illegible]}$  radius of the outer cylinder;
- $r_{[illegible]}$  radius of the shaft;
- $a$  opening angle of the cone on the bottom of the inner cylinder

NOTE 1: The cone at the bottom end of the inner cylinder facilitates introduction of the cylinder into the beaker, which is filled with fluid, without causing any air bubbles to occur.

NOTE 2: Coaxial cylinder systems require a precise adjustment of the axes of the inner and outer cylinders.

#### Fig. A.1: Coaxial cylinder system with standard geometry

The volume of the sample depends only on the radius of the inner cylinder  $r_i$  and is determined according to the following equation:

[see original for Equation A.4]

For measuring systems with this standard geometry, the face surface factor  $C_L$  is independent of the radius  $r_i$ . For Newtonian fluids, the empirical value found for the face surface factor  $C_L$  was

$$C_L = 1.10.$$

For non-Newtonian fluids,  $C_L$  is not constant, but rather depends on the shear rate [symbol] and on the rheological properties of the fluid.

NOTE 6: For structure-viscous fluids,  $C_L$  can reach values up to 1.2 at certain shear rates. For plastic fluids that demonstrate a flow limit,  $C_L$  values up to 1.28 were found at low shear rates.

At  $C_L = 1.10$  (Newtonian fluids) and  $\delta^2 = 1.17657$  and  $\tau_{rep} = 0.925$  [illegible] 1.088 [illegible], the following numerical value equations are obtained, if the representative shear stress  $\tau_{rep}$  is given in Pa, the torque  $M$  in  $N \cdot m$ , the representative shear rate [symbol]  $_{rep}$  in  $s^{-1}$ , and the angular velocity in rad/s, the inner radius  $r_i$  in m and the speed of rotation in  $min^{-1}$ :

[see original for Equations A.5 and A.6]

### A.4 Different Measurement Geometries

If the use of the standard geometry is not possible for specific reasons, measuring systems with different dimensions can be selected. In order to be able to use the calculation methods according to A.2, the following conditions must be met:

[see original for equations]

Page 6  
EN ISO 3219:1994

The face surface factor  $C_L$  takes on different (mostly higher) values as compared with the standard geometry.

NOTE 7: A narrow measurement gap, e.g.  $\delta \leq 1.2$ , ensures that the simple and easily calculated concept of the representative viscosity represents a good approximation. It has been shown that the representative viscosity differs only slightly from the true value at a corresponding shear rate ( $\leq 3.5\%$ ). For the standard geometry, the error is generally much smaller.

#### A.5 Evaluation

Plot the torque values read off on the measuring device, and the corresponding values for the speed of rotation  $n$  on a rectangular coordinate system, divided in linear manner. Place an equalization curve through the measurement points. From the curve, read off pairs of values for the torque and the speed of rotation, and convert them to the corresponding values for shear stress and shear rate, in accordance with the following equations:

Equation (A.2) or (A.6) for the shear stress  $\tau$ ;  
Equation (A.3) or (A.6) for the shear rate [symbol].

If possible, select the values of  $\tau$  or [symbol] in such a way that they form a geometric series. The curve [equation] is obtained by plotting the pairs of values.

If this flow curve is a straight line that passes through the zero point of the coordinate system, then the viscosity can be indicated with a single numerical value, calculated from the incline of this straight line, i.e. the quotient [equation] of each pair of measurement values ( $\tau$ , [symbol]).

If the flow curve does not represent a straight line, corresponding values for  $\tau$  and [symbol] can be read off. The quotient [equation] can then be plotted against  $\tau$  or [symbol], as a viscosity dependent on the shear stress or the shear rate, respectively (viscosity curve  $\eta(\tau)$  or  $\eta([symbol])$ ).

All of the measurement values and calculated values should be indicated rounded off to three places, e.g. [see original for equations]

### Appendix B (standard-related)

#### Cone/Plate System

##### B.1 System Description

The system consists of a rotating cone with a shaft, and a fixed plate (see Figure B.1).

The angle  $\alpha$  between the cone and the plate must be as small as possible, preferably no greater than  $1^\circ$ , and in no case greater than  $4^\circ$ . If this angle is more than  $1^\circ$ , this must be indicated in the test report. The advantage of the cone/plate system is that the shear rate above the conical gap can be viewed as constant for such small angles.

[see original for diagram]

##### Figure B.1: Geometry of a cone/plate system

## B.2 Calculation Method

If  $\alpha \leq 0.05$  rad (i.e.  $\alpha \leq 3^\circ$ ), the following equations can be used to calculate the shear stress  $\tau$  and the shear rate [symbol]:

[see original for Equations B.1 and B.2]

Here:

$M$  torque in  $\text{N} \cdot \text{m}$ ;  
 $\Gamma$  radius, in  $\text{m}$ , of the cone;  
 $\alpha$  angle, in rad, between the cone and the plate ( $1 \text{ rad} = 180^\circ/\pi$ );  
 $\omega$  angular velocity, in  $\text{rad/s}$ .

In order to avoid friction, which comes about by contact between the cone and the plate, blunted cones can be used. Such cones can also be used if the sample contains solid particles.

In the case of cone/plate systems, the cone axis must be aligned precisely perpendicular to the plate axis. Likewise, the contact point between the cone and the plate must be adjusted precisely (or precise adjustment of the gap in the case of blunted cones).

Furthermore, it is important that the gap between the cone and the plate is filled completely (neither overfilled nor underfilled).

NOTE 8: It must be noted that the gap width changes with the temperature.

## GERMAN STANDARD

October 1994

**BASF**  
Plastics  
Polymers/resins in the liquid, emulsified  
or dispersed state  
Determination of viscosity using a rotation viscosimeter at a  
defined shear rate  
(ISO 3219:1993) German version EN ISO 3219:1994

DIN EN ISO 3219

ICS 83.080.00

Descriptors: Plastic, polymer; resin, testing, determination, viscosity

[title repeated in English and French]

**The European Standard EN ISO 3219:1994 has the status of a German standard.**

## National Foreword

This European Standard falls within the competency of the Technical Committee CEN/TC 139 "Paints and Coatings" (Secretariat: Germany). The International Standard ISO 3219 on which it is based was developed by the ISO/TC 61, Plastics, SC 5, Physical-chemical properties, in cooperation with the ISO/TC 45, Rubber and rubber products, and the ISO/TC 35, Paints and varnishes.

For the International Standard cited in Section 2, reference is made to the corresponding German standard:

ISO 291 Contained in DIN 50014, in terms of subject matter.

## **National Appendix NA (information-related)**

#### **Literature references in national addenda**

DIN 50014 Climate and its technical application – Normal climate

### International Patent Classification

C 98 J 003/02  
G 01 N 011/14

**Continuation 6 pages EN**

Standards Committee for paints and similar coating materials (FA) in the DIN Deutsches Institut für Normung e.V. [German Institute for Standardization, registered association]  
Standards Committee for Plastics (FNK) in the DIN  
Standards Committee for Materials Testing (NMP) in the DIN

**BASF Aktiengesellschaft  
57056 Ludwigshafen**

[on right side:]

© DIN Deutsches Institut für Normung e.V. – Any duplication, even in the form of extracts, is permitted only with the approval of the DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin.

Purchase of standards solely from Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin

Ref. No. DIN EN ISO 3219:1994-10

Price group: 07

[illegible] No. 2307

Duplication in accordance with DIN Bulletin 3